



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication : **0 540 416 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : 92402930.9

(51) Int. Cl.⁵ : **H01L 39/24**

(22) Date de dépôt : 28.10.92

(30) Priorité : 29.10.91 FR 9113313

(43) Date de publication de la demande :
05.05.93 Bulletin 93/18

(84) Etats contractants désignés :
BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

(71) Demandeur : **ALCATEL CABLE**
30, rue des Chasses
F-92111 Clichy Cédex (FR)

(72) Inventeur : **Petitbon, Alain**
23, rue des Menuets
F-78730 Saint Arnoult en Yvelines (FR)
Inventeur : **Querlaud, Roland, Résidence de l'Esplanade**
18 Passage du Chemin de Fer
F-91400 Orsay (FR)

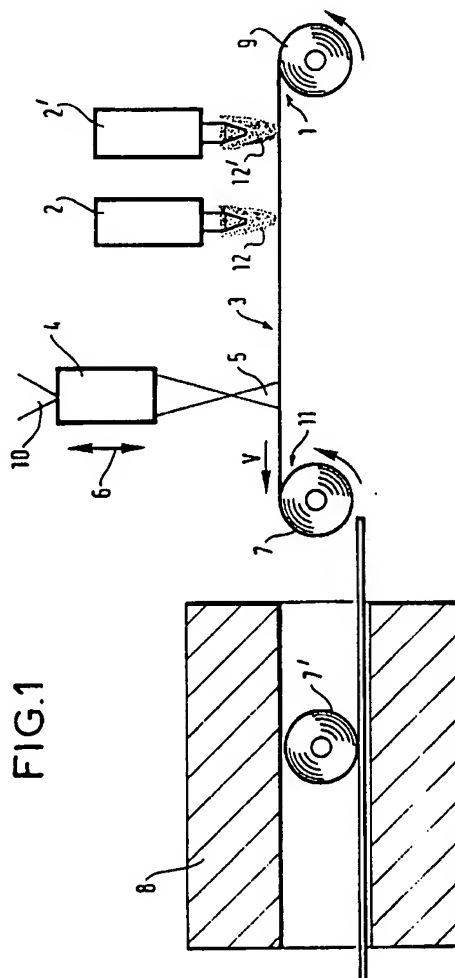
(74) Mandataire : **Weinmiller, Jürgen et al**
Lennéstrasse 9 Postfach 24
W-8133 Feldafing (DE)

(54) Procédé de fabrication d'un conducteur souple supraconducteur à haute température critique et conducteur en résultant

(57) Procédé de fabrication d'un conducteur souple supraconducteur à haute température critique selon lequel on applique sur un ruban métallique d'épaisseur comprise entre 0,1 mm et 1 mm un dépôt de céramique supraconductrice, caractérisé par le fait :

— que ledit dépôt, d'épaisseur comprise entre 50 μm et 300 μm , défile dans un faisceau infrarouge avec une vitesse au moins égale à 5 cm par minute, la zone traitée par ledit faisceau présentant, dans le sens du défilement, une largeur inférieure à 10 mm et une température de surface au moins égale à 1200°C, de manière à conférer audit dépôt une couche supraconductrice superficielle dense, texturée dans le sens de défilement, présentant une épaisseur comprise entre 10 μm et 100 μm ,

— et que l'on effectue ensuite un recuit sous oxygène.



EP 0 540 416 A1

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un conducteur souple supraconducteur à haute température critique, c'est-à-dire à base de céramique supraconductrice de type YBaCuO, BiSr-CaCuO, TiBaCaCuO...

On connaît des procédés de réalisation de supraconducteurs à haute température critique selon lesquels on part de poudre de l'oxyde supraconducteur, on réalise des pastilles compactées frittées, on fait fondre superficiellement ces pastilles à l'aide d'un faisceau laser ; la couche fondue est rapidement solidifiée puis soumise à un recuit. Ces procédés sont décrits dans les articles suivants :

- "Concentration of current to the surface and modification by CO₂ laser for oxide superconductor" par H. Nomura et al ; 2nd International Symposium on Superconductivity Nov. 1989, Tsukuba (p.423 à 426).
- "The microstructure and superconductivity of YBa₂CuO_{7-x} rapidly solidified by a pulse laser" par J.C. Huang et al ; Supercond. Sci. Technol. 1, 1988 ; (p.110 à 112).
- "Laser zone melting of Bi₂Sr₂CaCuO_x superconductors" par K. Ishige et al ; 2nd International Symposium on Superconductivity Nov. 1989, Tsukuba (p.321 à 324).

Les paramètres expérimentaux divulgués dans ces documents ne permettent pas d'obtenir une texturation avec des grains allongés dans la même direction. En outre tous les traitements décrits sont effectués sur des pastilles dont l'épaisseur est supérieure à un millimètre ; ceci est totalement incompatible avec la réalisation d'un supraconducteur souple.

La difficulté essentielle est qu'une céramique supraconductrice est un matériau fragile possédant des propriétés mécaniques rendant très difficile sa fabrication en tant que conducteur souple surtout sur de grandes longueurs.

Pour pallier ces problèmes de fragilité, on a tenté d'associer la céramique à un support métallique.

On réalise par exemple des fils gainés de métal, sous forme de monofilament ou de multifilament ; cette méthode présente l'inconvénient de nécessiter de nombreuses étapes de mise en forme mécanique, en particulier d'étirage, et des cuissons intermédiaires. En outre il existe un grand risque de réaction entre la céramique et la gaine, ce qui peut détruire la supraconductivité étant donné le très faible diamètre du fil en céramique.

Selon un autre mode de réalisation décrit dans la demande de brevet JP-A-2257527, on dépose la céramique autour d'un fil métallique en couche très mince, par mouillage du fil qui traverse un bain d'un oxyde fondu de type Y-Ba-Cu-O. Pour que se forme une phase supraconductrice à la sortie du bain sur le fil, la vitesse de défilement doit être très faible, ce qui entraîne une réaction prohibitive entre le bain et le matériau du fil.

Une technique beaucoup plus prometteuse consiste à disposer la céramique sur un ruban métallique souple et sous forme d'une couche épaisse, de quelques centaines de microns d'épaisseur.

Différentes méthodes ont déjà été proposées pour obtenir des couches épaisses de céramique supraconductrice : coulage en bande, sérigraphie, calandrage, projection par arc électrique, projection par flamme. Les couches obtenues sont plus ou moins poreuses, et plus au moins bien cristallisées suivant la méthode employée ; elles subissent ensuite un recuit. Des procédés de ce type mettant en oeuvre des plasmas sont décrits dans les documents suivants :

- "High Tc superconducting films of YBaCu oxides prepared by low pressure plasma spraying" par K. Tachikawa et al ; Appl. Phys. Lett. 52(12), 1988.
- "Formation of YBaCuO thick films by plasma spraying" par Y. Wadayama et al ; 2nd International Symposium on superconductivity Nov. 1989 Tsukuba.

Les densités de courant maximales obtenues respectivement avec ces deux procédés ne sont que de 690A/cm² et de 1120A/cm², ce qui est insuffisant.

Enfin, on a proposé dans la demande de brevet JP-A-63 292530 et dans le brevet français FR-A- 2 647 266 un procédé selon lequel un précurseur de matériau supraconducteur est posé sur un substrat à l'état de poudre, puis chauffé par un faisceau laser de façon à réaliser une couche adhérent au substrat. La solidification ne peut se produire que si le faisceau laser agit suivant toute l'épaisseur de poudre de précurseurs ; il agit donc également sur le substrat, ce qui est particulièrement néfaste lorsque le substrat est un matériau souple de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur ; selon une autre variante la poudre est projetée sur le substrat à travers le faisceau laser.

Cette technique n'aboutit pas non plus à la texturation de la couche supraconductrice. En outre, comme le taux de densification du matériau pulvérulent déposé sur le substrat ne peut être supérieur à 30%, la densification résultant du traitement laser induit dans ce matériau des contraintes très importantes qui sont libérées par fissuration, ce qui s'oppose au passage du courant.

La présente invention a pour but de mettre en oeuvre un procédé pour réaliser un supraconducteur souple, procédé aboutissant à un matériau texturé susceptible de transporter des densités de courant très supérieures à celles des conducteurs souples connus.

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'un conducteur souple supraconducteur à haute température critique selon lequel on applique sur un ruban métallique d'épaisseur comprise entre 0,1 mm et 1 mm un dépôt de céramique supraconductrice, procédé caractérisé par le fait :

- que ledit dépôt, d'épaisseur comprise entre 50

μm et $300\ \mu\text{m}$, avec un taux de densification au moins égal à 70%, défile dans un faisceau infrarouge avec une vitesse au moins égale à 5 cm par minute, la zone traitée par ledit faisceau présentant, dans le sens du défilement, une largeur inférieure à 10 mm et une température de surface au moins égale à 1200°C , de manière à conférer audit dépôt une couche supraconductrice superficielle avec un taux de densification proche de 100%, texturée dans le sens de défilement, présentant une épaisseur comprise entre $10\ \mu\text{m}$ et $100\ \mu\text{m}$,

- et que l'on effectue ensuite un recuit sous oxygène.

La présente invention a également pour objet un conducteur souple obtenu par le procédé précédent.

Avantageusement l'application dudit dépôt sur ledit ruban est effectuée par coulage en bande, calandrage, projection par arc électrique, projection par flamme, projection laser, et, dans la même opération de fabrication, elle est directement suivie du traitement infrarouge selon l'invention et du recuit précité, selon un procédé continu. Les contraintes mécaniques dans le dépôt se trouvent ainsi réduits.

De préférence:

- Ladite température de surface est comprise entre 1200°C et 1500°C .
- Le faisceau infrarouge est issu d'un laser CO_2 pulsé à une fréquence comprise entre 50 et 1000 Hz avec une puissance comprise entre 100 et $1000\ \text{W}/\text{cm}^2$, avantageusement entre 400 et $800\ \text{W}/\text{cm}^2$.
- L'épaisseur de ladite couche supraconductrice est comprise entre $10\ \mu\text{m}$ et $50\ \mu\text{m}$.
- L'épaisseur dudit dépôt est comprise entre $100\ \mu\text{m}$ et $200\ \mu\text{m}$.
- L'épaisseur dudit ruban métallique est comprise entre 0,1 mm et 0,5 mm ; son matériau est choisi parmi le cuivre, l'argent, les aciers inoxydables, les superalliages à base de nickel, les superalliages à base de cobalt.

La maîtrise des paramètres du procédé selon l'invention qui viennent d'être définis permet d'obtenir à la surface du dépôt, dans l'axe du balayage laser, des gradients thermiques compris entre 100 et 1000°C par millimètre et des vitesses de refroidissement comprises entre 5000°C et $10\ 000^\circ\text{C}$ par seconde. Grâce à la rapidité de la fusion superficielle du dépôt et du refroidissement de la couche fondue, on évite l'échauffement excessif de l'interface ruban-dépôt et du ruban lui-même. Ceci diminue les risques de décollement du dépôt, de réactions entre le dépôt et le ruban, et d'oxydation du ruban.

En outre, la couche superficielle est dense et non fissurée, avec une texturation et une orientation cristalline parallèles à la direction du balayage laser, autrement dit dans le sens de la longueur dudit ruban.

Ladite opération de recuit est indispensable pour

restaurer la phase supraconductrice et réoxygéner. Cette opération comprend un chauffage jusqu'à une température comprise entre 850°C et 950°C , un palier de durée comprise entre 1 heure et 6 heures à cette température, et une vitesse de refroidissement comprise entre $10^\circ\text{C}/\text{heure}$ et $100^\circ\text{C}/\text{heure}$, et de préférence comprise entre $10^\circ\text{C}/\text{heure}$ et $50^\circ\text{C}/\text{heure}$.

Les conditions opératoires peuvent être choisies pour que la densité de courant critique atteigne une valeur de l'ordre de $100\ \text{A}/\text{mm}^2$, c'est-à-dire une valeur très supérieure à celle des rubans supraconducteurs de l'art antérieur.

Selon une variante de réalisation, on peut prévoir sur ledit ruban une sous-couche pour améliorer l'adhérence du dépôt, et en particulier harmoniser les coefficients de dilatation et limiter les interaction chimiques entre le ruban et le dépôt, au cours des traitements thermiques. La sous-couche est par exemple en argent ou en alliage de type NiCrAlY , CoCrAlY , NiAl . Son épaisseur est comprise entre $10\ \mu\text{m}$ et $200\ \mu\text{m}$, et de préférence comprise entre $10\ \mu\text{m}$ et $100\ \mu\text{m}$.

Par ailleurs la composition dudit dépôt peut être soit stoechiométrique vis-à-vis de la phase supraconductrice, soit enrichie en éléments susceptibles de se volatiliser durant le traitement du laser, par exemple en cuivre.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront au cours de la description suivante de modes de réalisation donnés à titre illustratif mais nullement limitatif. Dans le dessin annexé :

- La figure 1 est une vue très schématique d'une installation mettant en oeuvre le procédé selon l'invention en continu.
- Les figures 2A et 2B sont respectivement des vues de dessus et en coupe d'un ruban métallique souple selon l'invention après son passage sous les torches à arc électrique de l'installation de la figure 1.
- La figure 3 est une vue de dessus du ruban de la figure 2A pendant son passage dans le faisceau laser.
- La figure 4 est une vue en coupe transversale du ruban de la figure 3, limitée à la zone où le faisceau laser a texturé superficiellement sa surface.
- La figure 5 est une photographie (grandissement $\times 100$) de la surface d'une couche supraconductrice sans traitement laser selon l'invention.
- La figure 6 est une photographie de la surface d'une couche supraconductrice selon l'invention ($\times 100$).
- La figure 7 est une photographie d'une zone de la couche de la figure 6 ($\times 750$) montrant sa texturation dans la direction du balayage laser.
- La figure 8 montre des courbes de courant critique correspondant respectivement aux cou-

ches des figures 5 et 6.

- La figure 9 montre des courbes de température critique correspondant respectivement aux couches des figures 5 et 6.

On voit dans la figure 1 le schéma d'une installation mettant en oeuvre le procédé en continu selon l'invention. Un ruban métallique souple 1, enroulé sur une bobine 9, défile sous une torche à arc électrique 2 qui projette sur ce ruban 1 une composition 12 de céramique supraconductrice, de manière à réaliser un dépôt d'épaisseur comprise entre 50 μm et 300 μm et dont le taux de densification est supérieur à 70%, cette torche 2 peut être précédée d'une torche 2' de même type projetant au préalable un matériau 12' destiné à améliorer l'adhérence de la composition 12 sur le ruban métallique 1. On a référencé 3 le ruban souple muni de son dépôt. Le ruban 3 défile ensuite à la vitesse V sous un faisceau 5 issu d'un laser infrarouge 10 associé à un système 4 d'homogénéisation de faisceau. Un réglage du laser selon l'axe 6 orthogonal au ruban souple 3 permet de régler le diamètre du faisceau 5. Un pyromètre bichromatique à réponse rapide (non illustré) mesure la température de surface de la zone du dépôt 3 traitée par le faisceau 5.

Le conducteur souple 11 ainsi traité est enroulé sur une bobine 7 qui est introduite ensuite (position 7') dans un four de recuit 8, par exemple un four tunnel.

Les figures 2A et 2B montrent le ruban souple 3, après son passage sous les torches 2 et 2', avec le ruban métallique originel 1, une sous-couche 21 et un dépôt 22 de céramique supraconductrice.

La figure 3 montre la trace du faisceau laser 5 sur le dépôt 22 lorsque le ruban souple 3 défile à la vitesse V ; on a référencé une zone centrale de traitement 20 et deux lisières 26 balayées par les bords du faisceau laser 5.

La figure 4 montre en coupe transversale l'effet de ce faisceau laser 5 dans la zone centrale 20. On retrouve la sous-couche 21 sur le ruban métallique 1, mais le dépôt de céramique 22 a été notablement transformé par le traitement laser. On distingue :

- une zone de réaction 23 entre la sous-couche 21 et la céramique ; cette zone n'est pas supraconductrice ;
- une zone 24 de céramique non traitée par le faisceau laser 5, et qui a gardé la même nature que le dépôt 22 proprement dit ; cette zone est peu conductrice ;
- une couche superficielle 25 fondue par le faisceau laser, dense et texturée dans le sens de défilement du ruban 1.

On remarque que les lisières 26 de la zone 25 sont texturées sensiblement à 45 degrés vis-à-vis de cette couche 25.

Exemple I

On part d'un ruban 1 en acier inoxydable NS225, d'épaisseur 0,3mm et de 10mm de large. On munit ce ruban d'une sous-couche 21 d'épaisseur 100 μm en alliage NiCrAlY.

On réalise un dépôt 22 de 100 μm avec une torche à plasma ayant pour composition $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$. On prélève un échantillon que l'on recuit 6 heures à 900°C sous oxygène et que l'on refroidit à 20°C/heure.

La surface de ce dépôt 22 (figure 5) laisse apparaître de nombreuses fissures. On réalise sur le conducteur obtenu des contacts à l'argent pour mesurer le courant critique. On a reporté dans la figure 8 en abscisses le courant I (ampères) et en ordonnées la tension en micro-volts, on obtient la courbe B. Le courant critique de transport est de 2 ampères (avec 1 μvolt par centimètre) à 77 K, c'est-à-dire 4 ampères par mm^2 . La figure 9 met en évidence la température critique de ce conducteur (courbe D) égale à 84 K.

Selon l'invention on applique sur le dépôt 22 le faisceau 5 issu d'un laser CO_2 , de diamètre 5 mm avec une répartition homogène de l'énergie à 10% près, contrôlée au kaléidoscope ; cette énergie est de 800 W/cm². La fréquence des impulsions est de 500 Hz et la vitesse de balayage V de 20 cm/minute. La température de surface, contrôlée en permanence par le pyromètre bichromatique est de 1500°C.

L'épaisseur de la couche fondue 25 est de 40 μm . On effectue le même recuit que pour l'échantillon décrit plus haut. La couche 25 visible dans la figure 6 est sans fissures. Son taux de densification est très proche de 100%. Sa texturation très caractéristique apparaît dans la figure 7. Ses grains sont allongés dans la direction du défilement du ruban (flèche V).

On mesure, comme pour l'échantillon précédent, le courant critique et la température critique du conducteur obtenu (voir courbe C de la figure 8 et courbe E de la figure 9). Le courant critique mesuré à 77 K est 10A, soit 50A/mm² et la température critique est de 88 K.

EXEMPLE II

Le dépôt 22 de l'exemple I est légèrement modifié au niveau de sa composition. On utilise un matériau 12 de type $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_4\text{O}_x$, enrichi en cuivre ; ceci permet de compenser le départ d'une certaine quantité de cuivre au cours du traitement laser.

Le traitement laser est effectué dans les conditions suivantes ; la fréquence des impulsions est de 300 Hz, l'énergie de 600 W/cm² et la vitesse de balayage de 5 cm/minute.

La température de surface est de 1300°C et l'épaisseur de la couche fondue 25 est de 40 μm . Le recuit est identique à celui de l'exemple I. Le courant critique mesuré est 20A, soit 100A/mm².

EXEMPLE III

Le dépôt 22 n'est plus de 100 μm mais de 150 μm .

Le traitement laser est effectué dans les conditions suivantes : La fréquence des impulsions est de 500 Hz, l'énergie de 1000 W/cm² et la vitesse de balayage de 30 cm/min. La température de surface est de 1600°C et la couche fondue 25 à 100 μm d'épaisseur. Le recuit est identique à celui des exemples précédents. Le courant critique est de 5 A, soit 10 A/mm².

Bien entendu la présente invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation qui viennent d'être décrits. Les matériaux et les épaisseurs des différentes couches peuvent être modifiées comme indiqué plus haut, les paramètres du traitement laser étant alors optimisés en fonction de ces modifications. La sous-couche 21 n'est pas indispensable.

Revendications

1/ Procédé de fabrication d'un conducteur souple supraconducteur à haute température critique selon lequel on applique sur un ruban métallique (1) d'épaisseur comprise entre 0,1 mm et 1 mm un dépôt de céramique supraconductrice, caractérisé par le fait:

- que ledit dépôt (22), d'épaisseur comprise entre 50 μm et 300 μm , avec un taux de densification au moins égal à 70%, défile dans un faisceau infrarouge (5), avec une vitesse au moins égale à 5 cm par minute, la zone traitée par ledit faisceau présentant, dans le sens du défilement, une largeur inférieure à 10 mm et une température de surface au moins égale à 1200°C, de manière à conférer audit dépôt une couche supraconductrice superficielle (25) avec un taux de densification proche de 100%, texturée dans le sens de défilement, présentant une épaisseur comprise entre 10 μm et 100 μm ,
- et que l'on effectue ensuite un recuit sous oxygène.

2/ Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé par le fait que, l'application dudit dépôt sur ledit ruban étant effectuée par une méthode en continu choisie parmi le coulage en bande, le calandrage, la projection par arc électrique, projection par flamme, projection laser, cette application est suivie dans la même opération de fabrication par le traitement par ledit faisceau infrarouge et ledit recuit.

3/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que ladite température de surface est comprise entre 1200°C et 1500°C.

4/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'on met en

oeuvre un faisceau infrarouge issu d'un laser CO₂ pulsé à une fréquence comprise entre 50 et 1000 Hz avec une puissance comprise entre 100 et 1000 W/cm².

5/ Procédé de fabrication selon la revendication 4, caractérisé par le fait que ladite puissance du laser est comprise entre 400 et 800 W/cm².

6/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que l'épaisseur de ladite couche supraconductrice (25) est comprise entre 10 μm et 50 μm .

7/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1, 2, 6, caractérisé par le fait que l'épaisseur dudit dépôt (22) est comprise entre 100 μm et 200 μm .

8/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que l'épaisseur dudit ruban métallique (1) est comprise entre 0,1 mm et 0,5 mm.

9/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que le matériau dudit ruban métallique est choisi parmi le cuivre, l'argent, les aciers inoxydables, les superalliages à base de nickel, les superalliages à base de cobalt.

10/ Procédé de fabrication selon la revendication 9, caractérisé par le fait qu'avant la réalisation dudit dépôt, on munit ledit ruban métallique d'une sous-couche (21) destinée à améliorer son adhérence avec ce ruban, ladite sous-couche présentant une épaisseur comprise entre 10 μm et 200 μm , et son matériau étant choisi parmi l'argent, et les alliages de type Ni-CrAlY, CoCrAlY, NiAl.

11/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que ledit recuit sous oxygène comprend un chauffage jusqu'à une température comprise entre 850°C et 950°C, un palier de durée comprise entre 1 heure et 6 heures à cette température, et une vitesse de refroidissement comprise entre 10°C/heure et 100°C/heure.

12/ Procédé de fabrication selon la revendication 11, caractérisé par le fait que ladite vitesse de refroidissement est comprise entre 10°C/heure et 50°C/heure.

13/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que la composition dudit dépôt est enrichie d'éléments susceptibles de se volatiliser au cours du traitement laser.

14/ Conducteur souple supraconducteur à haute température critique obtenu par le procédé selon l'une des revendications précédentes.

15/ Conducteur souple supraconducteur à haute température critique comprenant un ruban (1) métallique d'épaisseur comprise entre 0,1 mm et 1 mm et un dépôt de céramique supraconductrice (22), caractérisé par le fait que ledit dépôt a une épaisseur comprise entre 50 μm et 300 μm , et présente une couche supraconductrice superficielle (25), dense, d'épaisseur comprise entre 10 μm et 100 μm , texturée dans le sens de la longueur dudit ruban.

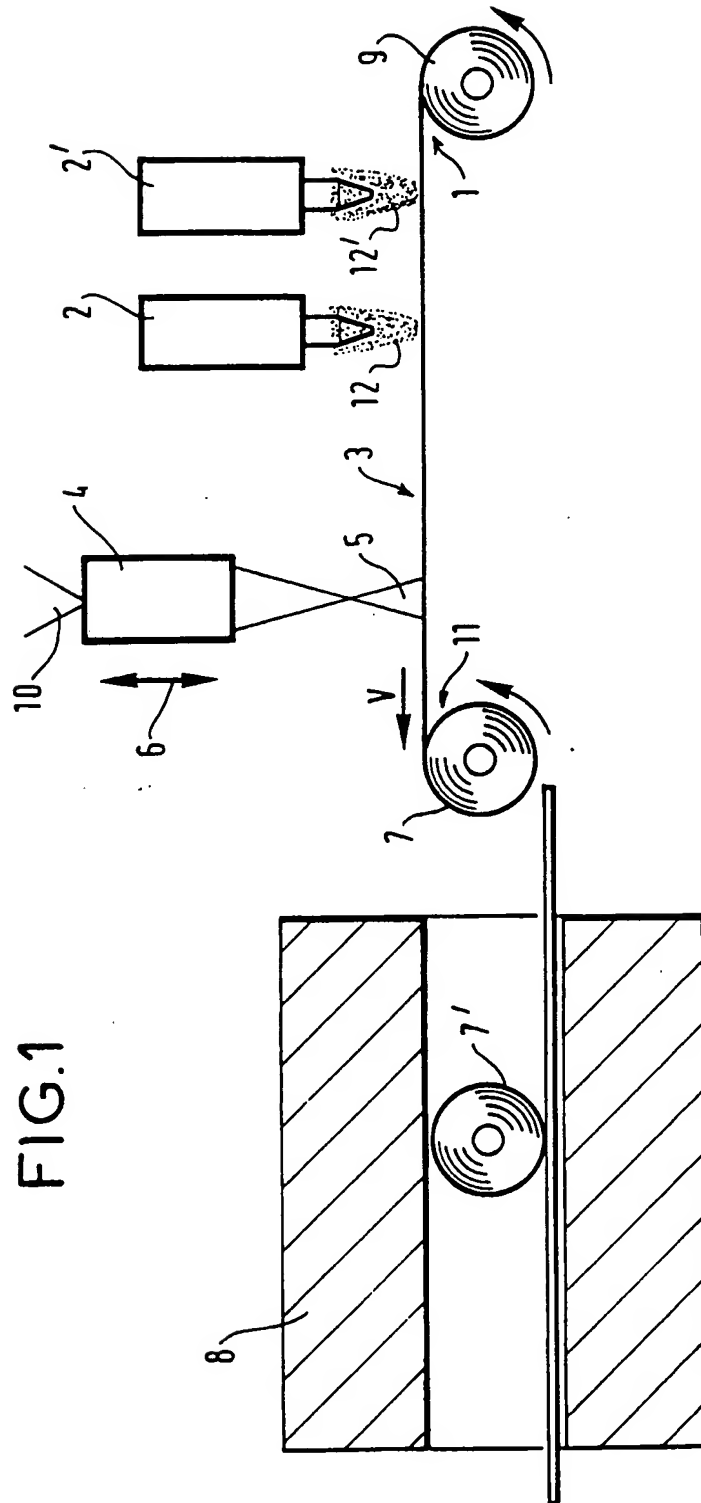


FIG.2A

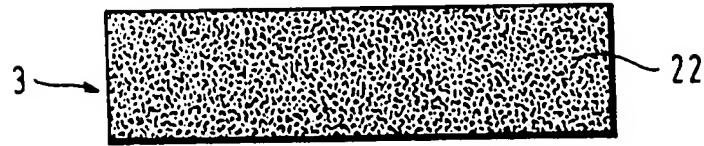


FIG.2B

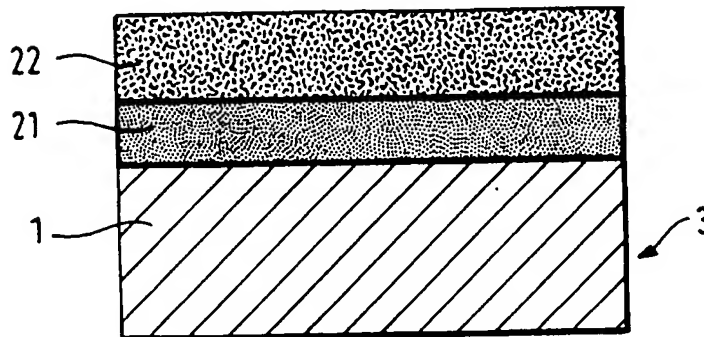


FIG.3

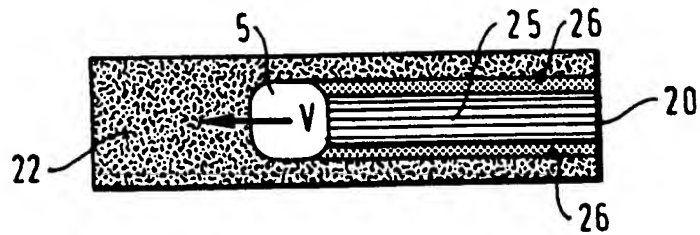


FIG.4

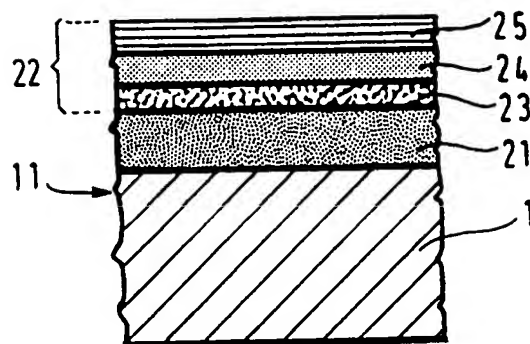


FIG.5
ART ANTERIEUR

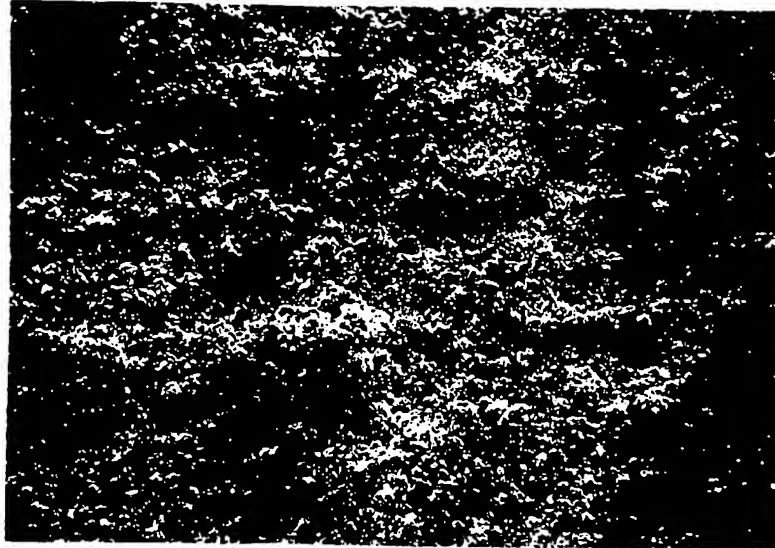


FIG.6

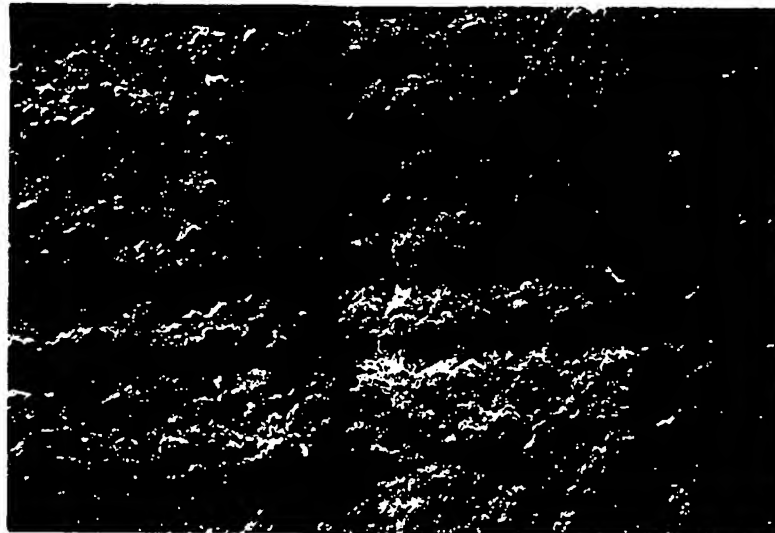


FIG.7



← V

FIG.8

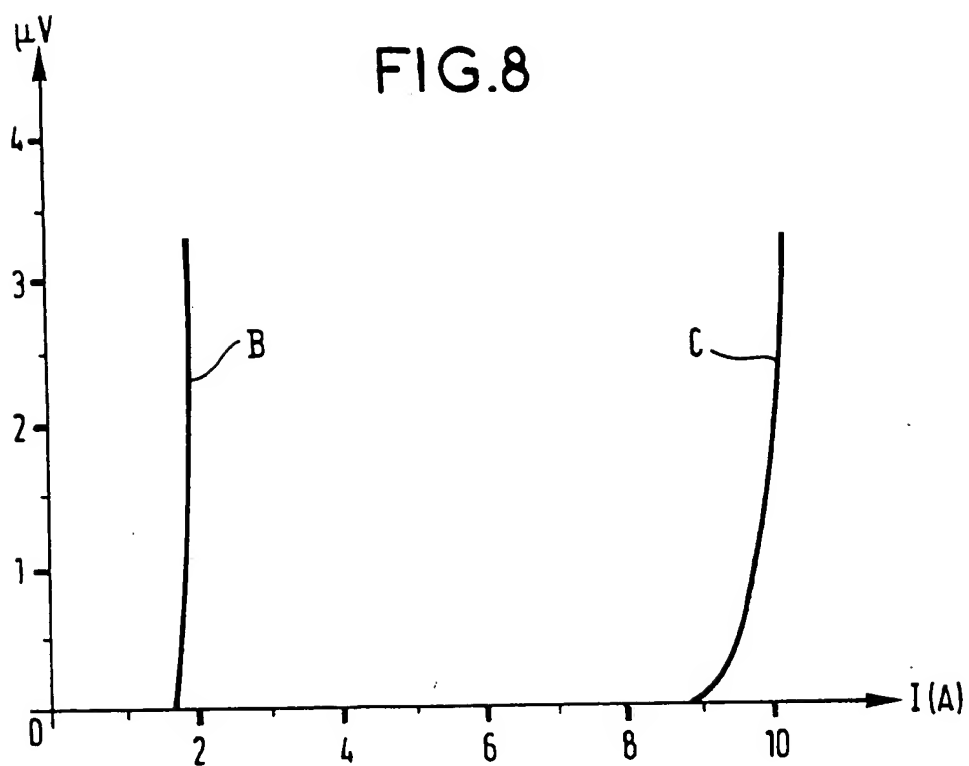
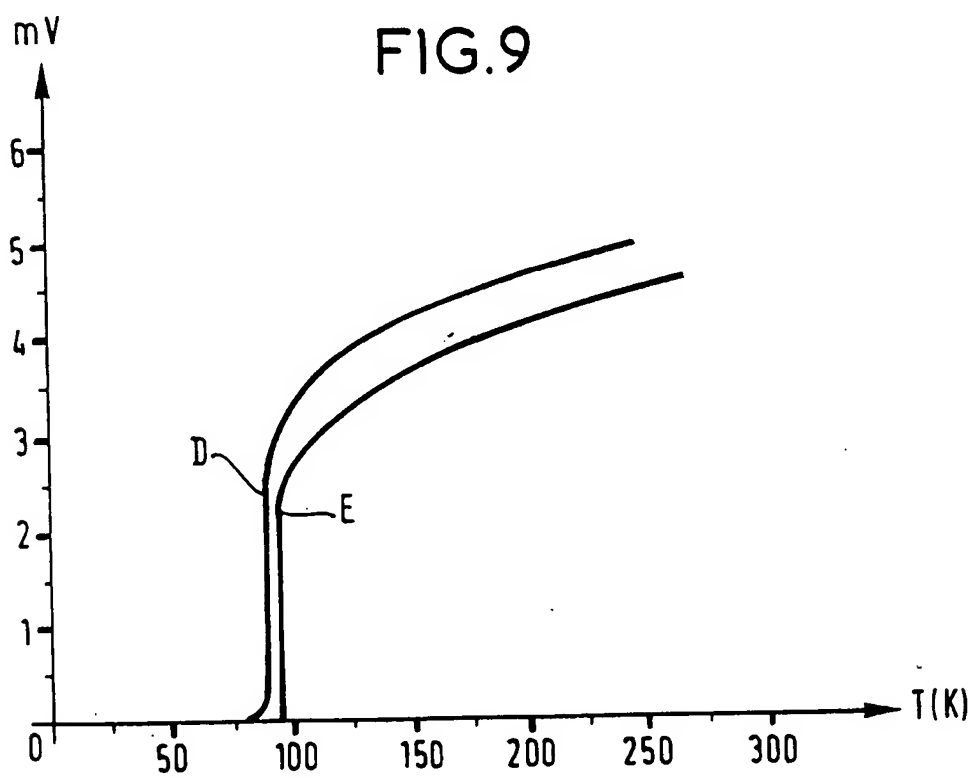


FIG.9





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 2930

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
D,X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 123 (E-733)27 Mars 1989 & JP-A-63 292 530 (TOSHIBA CORP) 29 Novembre 1988 * abrégé *	1	H01L39/24
A	--- US-A-5 057 484 (FUJIKURA LTD.) * colonne 3, ligne 13 - ligne 39; figures 1,2 *	1	
A	--- GB-A-2 220 426 (INCO ALLOYS INTERNATIONAL INC.) * abrégé; figure 1 *	1	

Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			H01L
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 03 FEVRIER 1993	Examineur PELSERS L.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1500 (04/91) (P0407)